

Abb. 4. ΔE - E -Spektren für drei unterschiedlich aktive ^{90}Sr - und eine inaktive Probe. Aufgetragen ist die Intensität I [Zahl der gemessenen Ereignisse] gegen die Kanalnummer $n(\Delta E)$, die proportional zum Energieverlust ΔE ist, und gegen die Kanalnummer $n(E)$, die proportional zur Restenergie E ist. ^{90}Sr Ionen treten bei bestimmtem Energieverlust ΔE und fester Restenergie E auf. Aus dem Spektrum der inaktiven Probe (rechts unten) erkennt man den Untergrundanteil.

Ergebnisse stimmen im Rahmen der Fehler gut mit den aus der Aktivität des Standards berechneten Isotopenverhältnissen. Ergebnisse stimmen im Rahmen der Fehler gut mit den aus der Aktivität des Standards berechneten Isotopenverhältnissen überein.

Die mit der AMS-Anlage in Erlangen durchgeführten Messungen haben ergeben, daß schnelle ^{90}Sr -Bestimmungen bis zu einem Anteil von 10^{-9} bei reinem Ausgangsmaterial möglich sind. Bei Umweltproben, die z.B. aus mit Spaltprodukten belegten Luftfiltern präpariert wurden, ist jedoch eine optimierte chemische Vorbehandlung erforderlich: ^{90}Zr muß bis auf einen Gehalt von höchstens 10^{-9} , andere Verunreinigungen (z.B. Al, Cu, Ag) weitgehend entfernt sein.

Eingegangen am 11. Juni 1994 [Z 7030]

Stichworte: Massenspektrometrie · Radionuclide · Strontium

- [1] „Proceedings Sixth International Conference on AMS, 1993“ in *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **1994**, 94, 1–524.
- [2] „14th International Radiocarbon Conference, 1991“ in *Radiocarbon* **1992**, 34, 279–942.
- [3] J. M. Anthony, S. Matteson, J. L. Duggan, P. Elliot, D. Marble, F. D. McDaniels, D. Weathers, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **1990**, 52, 493–497; M. Döbeli, P. W. Nebiker, M. Suter, H. A. Synal, D. Vetterli, *ibid.* **1994**, 85, 770–774.
- [4] M. Baumgärtner, U. Emmerling, W. Ernst, E. Finckh, G. Fuchs, F. Gumbmann, M. Haller, R. Höpfl, R. Karschnick, W. Kretschmer, A. Rauscher, M. Schleicher, W. Schuster, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **1990**, 50, 286–290; *ibid.* **1990**, 52, 273–277.
- [5] F. Arslan, M. Behrendt, W. Ernst, E. Finckh, G. Greb, F. Gumbmann, M. Haller, S. Hoffmann, R. Karschnick, M. Klein, W. Kretschmer, J. Mackiol, G. Morgenroth, C. Pagels, M. Schleicher, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **1994**, 92, 39–42.
- [6] R. Höpfl, T. Bretschneider, A. Buchler, Y. Charasse, W. Ernst, E. Finckh, R. Goblirsch, F. Gumbmann, M. Haller, R. Karschnick, W. Kretschmer, A. Rauscher, H. Schielein, M. Schleicher, *Rev. Sci. Instrum.* **1992**, 63, 2469–2471.
- [7] J. Alfaro, T. Apfel, H. Diercks, A. Knöchel, R. Sen Gupta, K. Tödter, *Angew. Chem.* **1995**, 107, 207–210; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1995**, 34, Nr. 2.

Spurenbestimmung der Radionuclide ^{90}Sr und ^{89}Sr in Umweltproben III: Entwicklung einer Schnellmethode**

Juan Alfaro, Thomas Apfel, Herbert Diercks, Arndt Knöchel*, Rahul Sen Gupta und Klaus Tödter

Die Bestimmung der reinen β^- -Strahler ^{90}Sr und ^{89}Sr ist wegen fehlender charakteristischer γ -Linien nicht zerstörungsfrei möglich. Sie ist aber im Fall von nuclearen Störfällen besonders wichtig, da die Sr^{2+} -Isotope wie Ca^{2+} in den Knochen eingelagert werden und dort mit langer biologischer Halbwertszeit die blutbildenden Organe schädigen. In Verbindung mit der relativ hohen Ionisierungsdichte der auftretenden β^- -Strahlung und der langen physikalischen Halbwertszeit resultiert daraus insbesondere beim ^{90}Sr eine hohe Radiotoxizität.

Da auch andere Nuclide zur weitgehend unspezifischen β^- -Strahlung beitragen, ist vor der Analyse der Sr-Isotope grundsätzlich eine Trennung von allen Begleitnucliden notwendig. Das etablierte Standardverfahren besteht aus einer Reihe von Fällungsprozessen, deren Qualität von der genauen Einhaltung der Fällungsbedingungen abhängt^[1]. ^{90}Sr wird dann über das Tochternuclid ^{90}Y nach dessen Nachbildung und erneuter Abtrennung bestimmt. Die Genauigkeit und die Nachweisgrenze des Verfahrens hängt daher von der Einstellung des Gleichgewichts zwischen den radioaktiven Sr- und Y-Isotopen ab. Erreichbar ist eine Nachweisgrenze von 1 mBq kg^{-1} , wobei allerdings eine in Störfallzeiten unakzeptabel lange Analysenzeit von 2–3 Wochen benötigt wird. Dies wurde nach dem Reak-

[*] Prof. Dr. A. Knöchel, J. Alfaro, T. Apfel, H. Diercks, R. Sen Gupta, K. Tödter
Institut für Anorganische und Angewandte Chemie der Universität
Martin-Luther-King-Platz 6, D-21049 Hamburg
Telefax: Int. +40/4123-2893

[**] Diese Arbeit wurde vom Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit sowie vom Fonds der Chemischen Industrie gefördert. Herrn Dr. Heinemann, KFA Jülich, und Dr. Vogl, Bundesamt für Strahlenschutz, danken wir für die Bereitstellung von Probenmaterial und Meßdaten.

torunglück von Tschernobyl schnell deutlich, als für die ^{89}Sr / ^{90}Sr -Bestimmung keine Analysenverfahren zur Verfügung standen, die hinreichend schnell und zuverlässig Daten liefern konnten, um die Sr-Ausbreitung und -Belastung abzuschätzen^[2]. Besonders problematisch war die Durchführung der Strontiumabtrennung durch ungeübtes Personal. Eine kurzfristige, dem Bedarf angepaßte Erhöhung des Probendurchsatzes war selbst beim Vorhandensein von zusätzlichem Gerät nicht möglich^[3].

Zur Überwindung dieser Defizite wurden vom Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit Verfahrensentwicklungen stimuliert, um einerseits über Präzisionsanalysen Basisdaten für Rechnungen zur Ausbreitung von kontaminierten Aerosolen zu erhalten und andererseits auf der Grundlage dieser Kalkulationen gezielte Schnellanalysen von Lebensmittel-, Boden- und Bewuchsproben durchführen zu können. Für den Nachweis von radioaktiven Strontiumisotopen wurde ein Schnellverfahren entwickelt, das automatisierbar ist, bei dem die Sr-Isotope online gemessen werden, das geringe Anforderungen an das Bedienungspersonal stellt und bei dem die Fehlerquellen minimiert wurden. Die unter diesen Voraussetzungen auf der Grundlage einer ionenchromatographischen Abtrennung^[4] des Strontiums mit anschließender Durchflußdetektion entwickelten Analysenverfahren^[5] sind in Abbildung 1 dargestellt.

Um die Leistungsfähigkeit der Ionenchromatographie mit Online-Detektion nutzen zu können, wurden bestehende Pro-

benvorbereitungsschritte zeitlich optimiert und teilweise neu entwickelt.

Vollmilchproben werden ohne zeitaufwendige Trocknungsschritte direkt im elektrisch beheizten Wirbelschichtreaktor aus Quarzglas bei 650 °C verascht^[6]. Die Milch wird mit einer Fließgeschwindigkeit von 5 mL min⁻¹ – die Fließgeschwindigkeit ist durch die Reaktorgröße limitiert – durch ein spezielles Eintragungssystem direkt in die beheizte Wirbelschicht aus Quarzsand gebracht. Durch die Verwendung von Preßluft zur Erzeugung der Wirbelschicht erhält man eine rußfreie Asche, die nach dem Abkühlen des Reaktors (ca. 20 min) mit dem Sand aus dem Reaktor entnommen und aus der Strontium zu über 99% mit 20proz. HCl extrahiert werden kann. Die Lösung wird eingedampft, der Rückstand in 2proz. (NH₄)₂H₂EDTA-Lösung (pH = 5) aufgenommen und aus dieser Lösung Sr²⁺ ionenchromatographisch abgetrennt.

Luftstäube werden zusammen mit dem Filtermaterial in der neuentwickelten Wirbelschichtapparatur^[7] oxidativ pyrolysiert oder in einem Muffelofen verascht. Der Rückstand wird in einer mikrowellenangeregten Aufschlußapparatur (MLS-1200, Milestone) mit einem Gemisch aus 3 Teilen HCl, einem Teil HNO₃ und 1/30 Teil HF innerhalb 45 min aufgeschlossen. Die Lösung wird zur Trockene eingedampft, der Rückstand in 2proz. (NH₄)₂H₂EDTA-Lösung (pH = 5) aufgenommen und aus dieser Lösung Sr²⁺ ionenchromatographisch abgetrennt.

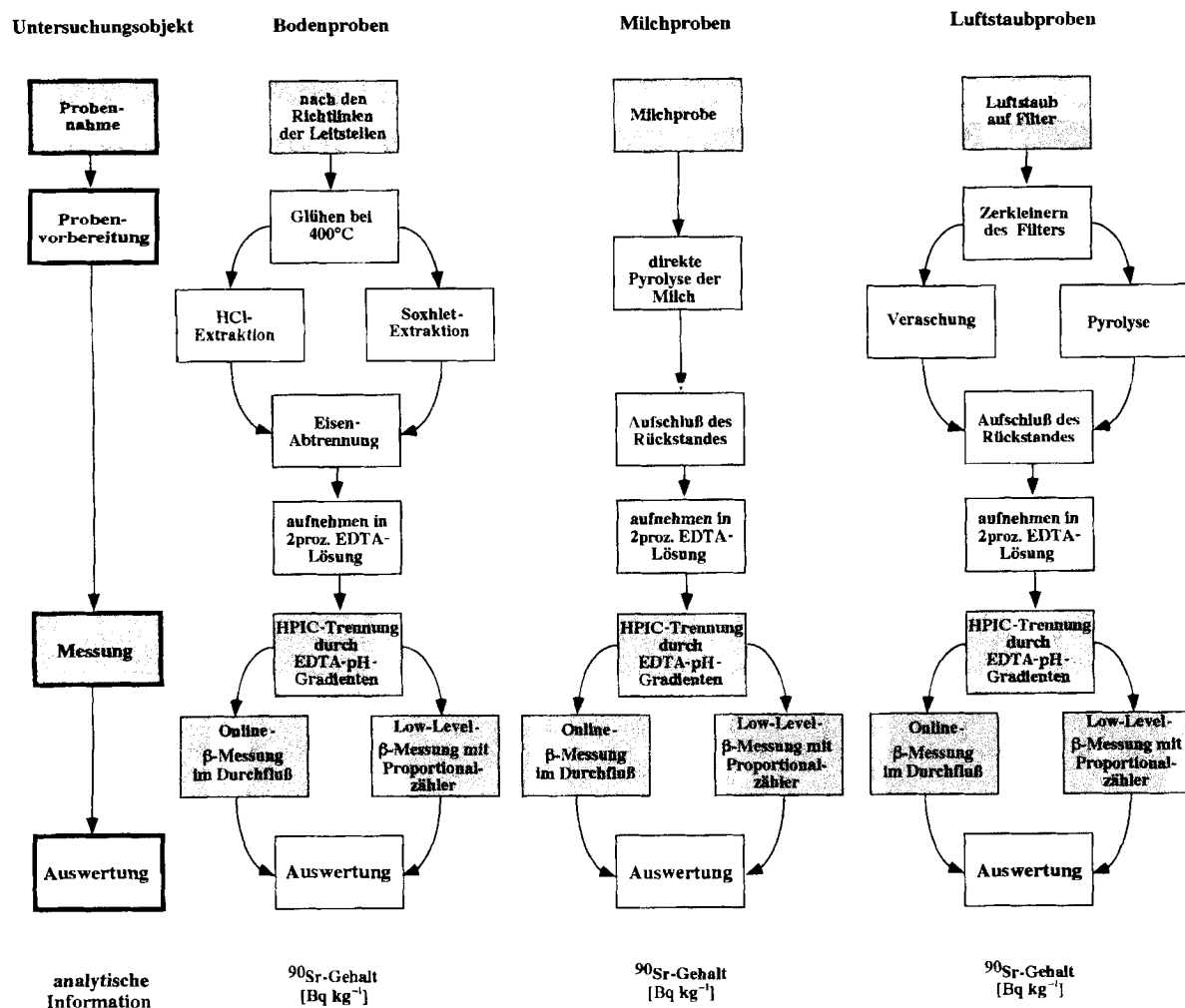


Abb. 1. Analysenverfahren zur Bestimmung von ^{90}Sr . EDTA = Ethylendiamintetraacetat; HPIC = Hochleistungsionenchromatographie.

Für die Untersuchung von Bodenproben werden in einem Soxhlet-Extraktor jeweils 100 g der homogenisierten und ge-
glühten Probe mit 20proz. HCl extrahiert, direkt aus dieser Lösung das bei der Weiterverarbeitung der Probe störende Eisen als Hexachlorokomplex auf einem Anionenaustauscher (Dowex 1X-4) zu über 99% abgetrennt und die Lösung in einem Rotationsverdampfer zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird unter Erwärmen in 2proz. $(\text{NH}_4)_2\text{EDTA}$ -Lösung ($\text{pH} = 5$) aufgenommen und aus dieser Lösung Sr^{2+} ionenchromatographisch abgetrennt. (Das auf der Säule verbliebene Eisen läßt sich durch Spülen mit Wasser entfernen.)

Zur ionenchromatographischen Trennung der Strontiumisotope wird die starke Affinität der Sr^{2+} -Ionen zu einem stark sauren Kationenaustauscherharz^[8] und die Bildung von im Vergleich zu anderen Kationen weniger stabilen Sr^{2+} -EDTA-Komplexen^[9] genutzt. Nach Aufgabe der aufgeschlossenen und konditionierten Probenlösung auf eine Kationenaustauschersäule wechselwirken bei diesem pH-Wert (Oxo-)Metall-Ionen, wie ZrO^{2+} , Y^{3+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Mn^{2+} , Ru^{3+} , Co^{2+} und Ln^{3+} , aufgrund der hohen Stabilität ihrer EDTA-Komplexe mit dem Ionenaustauscher kaum und passieren die Säule ungehindert. Ca^{2+} bildet weniger stabile EDTA-Komplexe und wird geringfügig, Sr^{2+} , Ba^{2+} und auch Ra^{2+} quantitativ auf der Säule zurückgehalten. Mit einem mit EDTA eingestellten pH-Gradienten lassen sich die Nuclide stufenweise eluieren. Die Vollständigkeit der Trennung wurde mit den Radiotraceren $^{54}\text{Mn}^{2+}$, $^{59}\text{Fe}^{3+}$, $^{65}\text{Zn}^{2+}$, $^{60}\text{Co}^{2+}$, $^{22}\text{Na}^+$, $^{85}\text{Sr}^{2+}$, $^{137}\text{Cs}^+$, $^{131}\text{Ba}^{2+}$, $^{140}\text{La}^{3+}$, $^{103}\text{Ru}^{3+}$ und $^{95}\text{Zr}^{4+}$ überprüft. Dabei zeigte sich daß die Trennung in den bei Störfällen auftretenden Konzentrationen quantitativ ist.

Auf einer Glassäule mit einem Volumen von 2 mL ist es möglich, 0,2–4 mg Sr^{2+} bei $\text{pH} = 6$ in einem Volumen von höchstens 4 mL vollständig als reine Fraktion von 200 mg Ca^{2+} abzutrennen; Ba^{2+} wird erst bei $\text{pH} > 7$ eluiert. Bei höheren Matrixelementkonzentrationen, wie sie in Bodenproben vorliegen, werden entsprechend größere Säulen benötigt.

Abbildung 2 zeigt ein typisches Analysenergebnis für ein Luftstaubsimulat. Verwendet wurde eine Säule von 2 mL Volu-

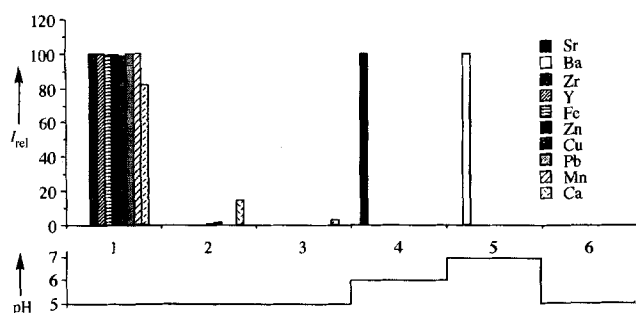


Abb. 2. Strontiumabtrennung aus einem Luftstaubsimulat mit einem EDTA-pH-Gradienten. Aufgetragen ist die Wiederfindung $I_{\text{rel}} [\%]$ gegen die Fraktionsnummer; das Volumen einer Fraktion beträgt 10 mL. Die Ionen wurden durch Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) [10] detektiert (Seifert, Ahrensburg).

men. In 5 mL Probe lagen $200 \mu\text{g Sr}^{2+}$ und insgesamt 18 mg an den übrigen Ionen vor. Wegen des sehr kleinen Elutionsvolumens ist die sofortige Online-Detektion des Strontiums mit einem nachgeschalteten β -HPLC-Detektor möglich, ohne daß die Bildung des Tochternuclids ^{90}Y zu berücksichtigen ist. Die Detektorparameter und -einstellungen wurden soweit geändert und optimiert, daß in den beiden unabhängigen Kanälen des Monitors ^{90}Sr ($E_{\text{max}} = 0.5 \text{ MeV}$) neben ^{89}Sr ($E_{\text{max}} = 1.5 \text{ MeV}$)

bis zu einem Verhältnis von 1/20 bestimmt werden konnte. Bei ungünstigeren $^{90}\text{Sr}/^{89}\text{Sr}$ -Verhältnissen ist es möglich, ^{90}Sr über nachgebildetes ^{90}Y zu bestimmen, indem man das von den Begleitelementen abgetrennte Strontium über Nacht auf der Säule verweilen läßt; das ^{90}Y wird dann sofort nach dem Anfahren der Anlage als scharfer Peak eluiert und im Durchfluß detektiert.

Abbildung 3 zeigt den Aufbau der automatisierten HPLC-Anlage. Die von einem Rechner gesteuerte HPLC-Anlage be-

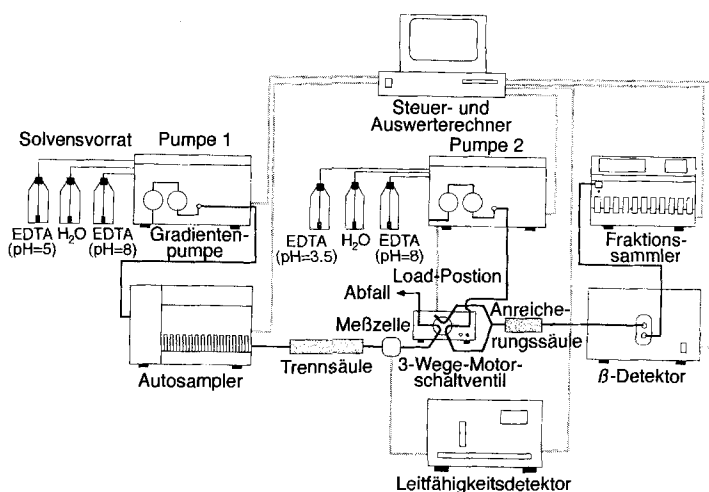


Abb. 3. HPLC-Anlage für die Abtrennung und Bestimmung von radioaktiven Strontiumisotopen (HPLC-Komponenten von Gynkotec, München; Durchfluß- β -Detektor LB 506-C, Labor Prof. Berthold).

steht aus zwei Hochdruckgradientenpumpen, einem Autosampler, einem Motorschaltventil, Trennsäulen mit 15 und 2 mL Volumen zur Vortrennung und Fokussierung, einem β -Detektor und einem Fraktions-sammler.

Die in Abbildung 1 dargestellten Gesamtverfahren sind anhand von Standardlösungen charakterisiert und das Verfahren für Bodenproben auf russische Proben aus dem Raum Klintcy sowie auf strontiumdotierte Referenzproben des Bundesamtes für Strahlenschutz angewendet worden.

Die Bodenproben wurden nach Veraschung bei 450°C gemäß den Vorgaben der Leitstellen^[1] direkt oder in einer Soxhlet-Apparatur mit HCl extrahiert, die Eisenmatrix aus der salzsaurer Lösung als Hexachloroferrat(III) durch Anionenaustausch abgetrennt und der pH-Wert nach Eindampfen und Aufnehmen in 2proz. $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{EDTA}$ auf $\text{pH} = 5$ eingestellt. Sr^{2+} wird wie beschrieben auf der 15 mL-Säule vorgetrennt, auf der zweiten Ionenaustauschersäule (2 mL Volumen) fokussiert und das Eluat im Durchfluß detektiert. Zur Kontrolle wurden mit den unmittelbar nach der Trennung aufgefangenen Sr-Fractionen Offline-Messungen in einem mit zehn Proportionalzählrohren ausgestatteten Low-Level-Counter durchgeführt.

Die Bodenproben wurden vor der Extraktion nach Trocknung und Homogenisierung zusätzlich γ -spektroskopisch untersucht. Die Wiederfindung wurde nach jedem Schritt durch Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt.

In Tabelle 1 sind die Ergebnisse der β^- - und γ -Messungen an den russischen Bodenproben zusammengefaßt. Die mit dem Schnellverfahren (Durchfluß) erhaltenen Ergebnisse stimmen gut mit den nach dem Standardverfahren und den durch Low-Level-Messung erhaltenen überein. In Tabelle 2 sind die Ergebnisse für die Referenzproben zusammengestellt. Die Proben wurden zu Kontrollzwecken mit einem Proportionalzähler („Low Level Counter“) oder einem Szintillationszähler vermessen. Es wird deutlich, daß mit dem neuen Verfahren ^{90}Sr in

Tabelle 1. β^- - und γ -Messungen von russischen Bodenproben.

Proben-Nr.	γ -Aktivität [Bq kg^{-1}]				β^- -Aktivität ^{90}Sr [Bq kg^{-1}]		
	^{137}Cs	^{137}Cs [a]	^{134}Cs	^{134}Cs [a]	Durchfluß	Low-Level [b]	Standard [a]
1586	709	760	66	81	10	15	14
1587	1150	1100	117	110	17	20	23
1588	2610	2500	265	260	39	41	36
1589	658	700	67	76	19	20	20
1590	2280	2300	235	220	—	9	9.2
1591	92	99	8	10	—	4	4.1
1592	7870	7300	805	790	70	65	69
1593	4400	4700	452	500	54	66	50
1594	5350	5700	504	580	55	61	59
1595	7400	7500	737	760	88	79	150
1597	78	80	6	7	12	10	14
1598	1980	1900	203	200	26	28	26
1599	6790	7700	694	830	81	87	88
1600	165	160	14	15	—	2	5.4
1601	2570	3000	265	320	30	31	27
1614	2730	3000	258	290	48	45	50
1615	1010	1100	104	104	—	—	10

[a] Daten der KFA-Jülich. [b] Low-Level-Counter LB 770-2 (Labor Prof. Berthold).

Tabelle 2. Ergebnisse der Aktivitätsmessungen für die Referenzproben.

Proben-Nr.	Dotierung BFS [a]	Durchfluß [Bq]	Low-Level [Bq]	Scintillation [Bq]
11	9	$7 \pm 2,5$	8 ± 3	7 ± 2
12	76	75 ± 1	72 ± 8	72 ± 10
13	54	57 ± 7	54 ± 12	53 ± 8
14	99	99 ± 12	99 ± 12	99 ± 11
15	31	29 ± 4	26 ± 8	27 ± 6
16	76	72 ± 11	66 ± 11	67 ± 14
17	23	21 ± 7	21 ± 3	20 ± 4
18	107	114 ± 7	111 ± 16	107 ± 11
19	10	10 ± 1	10 ± 3	10 ± 3
20	46	46 ± 1	47 ± 5	45 ± 5

[a] Bundesamt für Strahlenschutz, Neuerberg.

Bodenproben quantitativ wiedergefunden wird. Die Abweichungen liegen im Rahmen der üblichen Fehlerbreite von 10–15%, wobei zu berücksichtigen ist, daß die angegebenen Vertrauensbereiche nur aus zwei Parallelbestimmungen unter Zugrundelegung der t -Verteilung^[12] berechnet wurden.

Abbildung 4 zeigt das Chromatogramm einer Trennung eines mit $^{90}\text{Sr}/\text{Y}$, ^{103}Ru und ^{137}Cs versetzten Standards.

Die für diese Analysen durch eine Kalibrierung ermittelten Verfahrenskennzahlen^[11] zeigen, daß in dem untersuchten Aktivitätsbereich von 9–150 Bq systematische Fehler mit einer statistischen Sicherheit von 95% und durch zusätzlichen F -Test^[12]

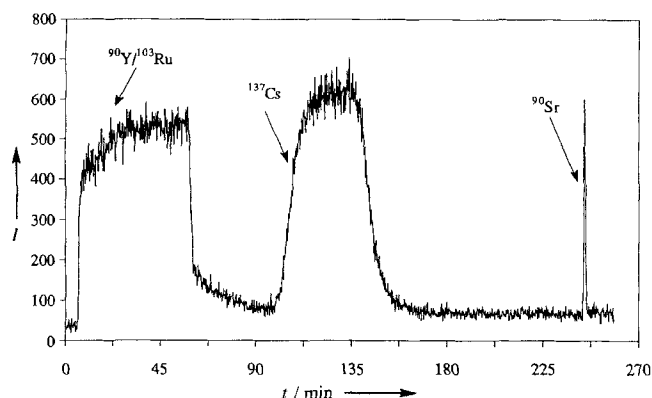


Abb. 4. Mit dem β -HPLC-Detektor aufgezeichnetes Chromatogramm eines mit $^{90}\text{Sr}/\text{Y}$, ^{103}Ru und ^{137}Cs versetzten Bodenstandards.

systematische Abweichungen zwischen den Meßwerten mit einer statistischen Sicherheit von 99% ausgeschlossen werden können.

Die entwickelte Methode zur Abtrennung der Sr-Isotope ist auch als Probenvorbereitung für die Beschleuniger-Massenspektrometrie (AMS)^[13] und die Resonanzionisations-Massenspektrometrie^[14] geeignet.

Eingegangen am 11. Juni 1994 [Z 7029]

Stichworte: Chromatographie · Ionenchromatographie · On-line-Detektion · Strontium · Radionuclide

- [1] *Meßanleitungen für die Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt und zur Erfassung radioaktiver Emissionen aus kerntechnischen Anlagen* (Hrsg.: Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit), Fischer, Stuttgart, 1992.
- [2] *Veröffentlichungen der Strahlenschutzkommission, Bd. 7* (Hrsg.: Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit), Fischer, Stuttgart, 1987.
- [3] Hamburg Workshop „Radiologische Auswirkungen des Tschernobyl-Unfalls auf die Bundesrepublik Deutschland“, 20./21. November 1986, Hamburg.
- [4] M. A. Wade, H. J. Seim, *Anal. Chem.* **1961**, 33, 793.
- [5] Zur Definition der analytischen Begriffe: K. Danzer, E. Than, D. Molch, L. Küchler, *Analytik*, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart, 1987.
- [6] R. Sen Gupta, Dissertation, Universität Hamburg, 1995.
- [7] R. Sen Gupta, Diplomarbeit, Universität Hamburg, 1992.
- [8] Cation Exchange Resin Instructions, BIO-RAD Laboratories, Richmond.
- [9] F. Umland, *Theorie und praktische Anwendung von Komplexbildnern*, Akademische Verlagsgesellschaft, Frankfurt am Main, 1971.
- [10] R. Klockenkämper in *Analytischer Taschenbuch, Bd. 10* (Hrsg.: H. Günzler), Springer, Berlin, 1991.
- [11] W. Funk, V. Dammann, G. Donnevert, *Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie*, VCH, Weinheim, 1992.
- [12] K. Doerfel, *Statistik in der Analytischen Chemie*, 3. Aufl., VCH, Weinheim, 1990.
- [13] M. Baumgärtner, U. Emmerling, W. Ernst, E. Finckh, G. Fuchs, F. Gumbmann, M. Haller, R. Höpfl, R. Karschnick, W. Kretschmer, A. Rauscher, M. Schleicher, W. Schuster, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* **1990**, 50, 286; F. Arslan, M. Behrendt, W. Ernst, E. Finckh, G. Greb, F. Gumbmann, M. Haller, S. Hofmann, R. Karschnick, M. Klein, W. Kretschmer, J. Mackiol, G. Morgenroth, C. Pagels, M. Schleicher, *Angew. Chem.* **1995**, 107, 205; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1995**, 34, Nr. 2.
- [14] L. Monz, R. Hohmann, H.-J. Kluge, S. Kunze, J. Lantzsch, E. W. Otten, G. Passler, P. Senne, J. Stenner, K. Stratmann, K. Wendt, K. Zimmer, *Spectrochim. Acta* **1993**, 48, 1655; J. Lantzsch, B. A. Bushaw, G. Herrmann, H.-J. Kluge, L. Monz, S. Nieß, E. W. Otten, R. Schwalbach, M. Schwarz, J. Stenner, N. Trautmann, K. Walter, K. Wendt, K. Zimmer, *Angew. Chem.* **1995**, 107, 202; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1995**, 34, Nr. 2.

Direkte Beobachtung der reduktiven O-H-Eliminierung aus Ir^{III} -Komplexen**

Ofer Blum und David Milstein*

Hydrido(hydroxo)- und -(alkoxo)-Komplexe werden bei vielen Übergangsmetallkatalysierten Umwandlungen als Zwischenstufen diskutiert^[1]. Die Bildung von O-H-Bindungen durch reduktive Eliminierung aus solchen Komplexen wird bei mehreren Reaktionen wie der Hydrierung von CO zu Methanol^[2], Wasserstofftransferreaktionen^[1c] und der Alkoholhomologisierung^[1f] als der produktbildende Schritt angesehen. Eine O-H-Bindungsbildung bei reduktiver Eliminierung wird selten beobachtet und benötigt nach den bisherigen Befunden Ligandenaddition^[1c, 3], UV-Bestrahlung^[3a] oder Oxidation^[4]. In anderen Fällen wurden H—M—OR-Verbindungen (R = H, Alkyl, Aryl)

[*] Prof. D. Milstein, O. Blum
Department of Organic Chemistry, The Weizmann Institute of Science
Rehovot 76100 (Israel)
Telefax: Int. + 8/34-4142

[**] Diese Arbeit wurde von der bilateralen Wissenschaftsstiftung USA-Israel gefördert. Wir danken der Hoechst AG für Sachspenden.